

⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

⑪ N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 567 156**

⑫ N° d'enregistrement national :

**84 10741**

⑮ Int Cl<sup>4</sup> : C 23 D 5/04, 3/00.

⑫ **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

⑲ Date de dépôt : 6 juillet 1984.

⑳ Priorité :

⑴ Demandeur(s) : *SALOMON Danièle, épouse BABUREK*  
— FR.

⑵ Inventeur(s) : *Danièle Salomon, épouse Baburek.*

⑶ Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 2 du 10 janvier 1986.

⑷ Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑸ Titulaire(s) :

⑹ Mandataire(s) :

⑺ Nouveau procédé d'émaillage.

⑻ L'invention concerne un nouveau procédé d'émaillage per-  
mettant d'obtenir grâce au dépôt des particules d'émail en lit  
fluidisé sur les surfaces à traiter, un revêtement vitreux homo-  
gène sur les parties extérieures et intérieures des objets.

Ainsi peut on obtenir désormais l'émaillage des pièces tels  
que les pots d'échappement des moteurs, à combustion  
interne, les corps de pompes, les échangeurs thermiques ou  
encore la réalisation de matériaux résistant à 2 000 °C.

FR 2 567 156 - A1

Best Available Copy

La présente invention concerne un nouveau procédé d'émaillage permettant de traiter, par application de l'émail en lit fluidisé, l'extérieur et l'intérieur des pièces de façon homogène.

5       Aucun procédé d'émaillage ne permet actuellement de traiter l'intérieur des pièces de façon correcte. Les procédés dits de trempage, ou de coulage, ne peuvent pas éviter les défauts tels que les surépaisseurs, le bouchage des trous des pièces multiperforées de diamètre inférieur à 3 mm ou encore les sections de passage d'épaisseur inférieure à 4 mm... Ces défauts rédhibitoires ont eu  
10       pour résultat jusqu'à présent l'impossibilité d'émailler l'intérieur des pièces tels que les pots d'échappement, les échangeurs thermiques, les corps de pompes ou encore de vannes etc ....

      L'utilisation des lits fluidisés est connue depuis longtemps. On peut appliquer à des produits métallurgiques, ou au verre, un traitement thermique  
15       par exemple un refroidissement rapide, en les plongeant chauds dans un lit fluidisé où les particules sont à la température souhaitée. On peut utiliser des couches fluidisées chauffées pour monter en température un produit de façon rapide et uniforme, quand il est plongé dans ces couches, ou encore pour sécher, pendant leur fabrication, des matières en bandes tels que des textiles ou des  
20       papiers.

      Enfin, pour revêtir des objets on peut plonger ces objets chauds dans un lit fluidisé constitué de particules venant fondre au contact de leurs surfaces. Cela est couramment utilisé pour obtenir des revêtements en matière organique, comme le rilsan. Mais opérer de la même manière pour obtenir un revêtement émaillé n'a  
25       jamais pu être réalisé jusqu'à présent. En effet, si une pièce métallique oxydable, comme l'acier, est portée à une température comprise entre 700° C et 800° et qu'elle est ensuite plongée dans un lit fluidisé constitué de particules d'émail fondant à plus basse température, le revêtement vitreux formé n'adhère pas à la surface oxydée du métal. Voilà pourquoi le lit fluidisé malgré ses  
30       immenses possibilités n'a jamais pu être utilisé jusqu'à présent comme un procédé d'émaillage.

      La demanderesse a trouvé le moyen de remédier à cet inconvénient.

      La présente invention concerne un nouveau procédé d'émaillage caractérisé par le fait non seulement que les particules d'émail, en suspension dans un lit  
35       fluidisé se déposent à la surface de la pièce à traiter quand elle y est plongée mais aussi et surtout que les particules d'émail, au contact de ladite surface se déposent à une température inférieure à celle de l'oxydation du métal. Bien entendu, la solution courante est la déposition des particules d'émail, au contact de la surface métallique, à la température ordinaire. Cela s'opère en  
40       appliquant à la surface de l'objet à traiter une couche d'adhésif. Les particules d'émail sont retenues sur la surface à traiter par l'adhésif. L'objet ainsi traité est ensuite porté à une température suffisante pour que s'opère la fusion de

l'émail et que soit obtenue une couche vitrifiée homogène.

L'adhésif utilisé peut-être à base de sels, comme le silicate de soude ou de résines tels que les néoprènes, les butyls, les acryliques ou autres vinyliques. On plonge ainsi la pièce à traiter dans la résine diluée dans un solvant.

- 5 Après l'évaporation du solvant, il reste à sa surface une fine couche d'adhésif sur laquelle viennent se coller les particules d'émail quand ladite pièce est ensuite plongée dans un lit fluidisé constitué de ces particules d'émail.

- 10 L'opération peut être répétée plusieurs fois, chaque couche d'émail venant se déposer sur l'adhésif préalablement appliqué. Les différentes couches d'émail peuvent avoir la même composition chimique que la première couche qui est au contact même du métal, ou être de composition différente. D'autre part, on peut ainsi déposer, avant cuisson, une ou plusieurs couches d'émail, lequel émail est lui-même constitué de verres de compositions différentes.

- 15 Par ailleurs, après avoir déposé les particules d'émail au contact du métal, il est possible désormais, non seulement de porter l'objet à traiter à la température de fusion de l'émail, mais aussi, à cette température, de plonger cet objet dans un lit fluidisé constitué de particules d'émail de même composition ou non. Il n'y a plus à craindre, dans ce cas d'oxydation du métal du fait qu'il est protégé par la première couche d'émail. L'émail venant fondre sur la surface  
20 à traiter peut avoir ou non, la même composition chimique que celui au contact du métal.

- Le nouveau procédé d'émaillage, suivant l'invention, permet de traiter des métaux aussi variés que l'acier ordinaire, la fonte, le cuivre, l'aluminium ou leurs alliages. Avec les objets réalisés en matériaux inoxydables, tels les  
25 aciers inoxydables, il faut tout d'abord choisir les aciers inoxydables susceptibles d'être émaillés. Ensuite, il est possible de les chauffer et de les plonger dans un lit fluidisé constitué de particules d'émail venant fondre au contact de leur surface. Toutefois, s'il faut porter ces matériaux à des températures égales ou supérieures à 800° C, il est préférable d'opérer selon l'invention,  
30 avec dépôt d'émail à une température inférieure à celle de l'oxydation du métal.

Les quelques exemples donnés ci-après donnent une idée des possibilités extraordinaires qu'offre le nouveau procédé d'émaillage selon l'invention.

. Exemple I :

Emaillage d'un pot d'échappement d'un moteur à combustion interne.

- 35 Ce pot, réalisé entièrement en acier ordinaire (C = 0,3%) est constitué essentiellement du silencieux et des deux tuyaux, l'un de l'arrivée des gaz, l'autre de leur sortie. Longueur hors tout : 65 cms.

- Après dégraissage et séchage suivant les méthodes habituelles, on applique une couche d'adhésif sur ses surfaces externes et internes en l'immer-  
40 geant dans une solution constituée de résines acryliques :

- (Hg 30 des Ets ROUSSELOT France I partie  
 - de solvant 8 parties  
 (acétate d'éthyle)

Après un séchage de 5 minutes à la température ambiante le pot, ainsi revêtu

5 d'adhésif est plongé dans le-lit fluidisé constitué comme suit :

- . Diamètre moyen des particules 51 microns
- . Gamme granulométrique 40 à 120 Microns
- . Masse volumique du solide 2,44 g/cm<sup>3</sup>
- . Vitesse minimale de fluidisation 0,51 cm/sec

10 . Dimension de la cuve 1000 X 800 x 800 mm  
 . Diffuseur : Poral bronze fritté 4,5 d'épaisseur < 4,8 mm

Les particules d'émail sont en fait constituées de 2 verres de compositions chimiques différentes mais intimement mélangés (on appelle souvent "émail" un verre Hétérogène, c'est à dire constitué d'un verre et de charges minérales non digérées.)

15 Les compositions chimiques de ces verres sont les suivantes :

	Verre A	Verre B
Si O <sub>2</sub>	50 %	66 %
Na <sub>2</sub> O	18 %	14 %
20 Cao	6 %	4 %
Co O	1,4 %	1 %
Ni O	1 %	
Mn O <sub>2</sub>	1,2 %	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4 %	
25 B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18,4 %	
Ba O		4,4 %
Zr O <sub>2</sub>		10,6 %

Ces deux verres sont mélangés en parties égales dans le lit fluidisé.

30 Ensuite le pot ainsi traité est porté à une température de 815 ° C pendant 10 minutes dans un four.

Le revêtement vitreux obtenu est filmogène, d'épaisseur 35 microns environ il est parfaitement homogène tant à l'intérieur qu'à l'extérieur du pot. Par ailleurs aucun trou des tuyaux multiperforés constituant le silencieux n'est bouché ; au contraire ils sont parfaitement émaillés. Le revêtement obtenu  
 35 est fortement adhérent et résiste aux acides et aux bases dans une gamme de pH comprise entre 2 et 12, ce qui est largement suffisant.

. Exemple II :

Émaillage intérieur et extérieur d'un corps de pompe en fonte. Dimensions 300 x 600 x 400 mm.

40 On opère comme dans l'exemple I :

- . Enduction de l'adhésif

»

- 4
- . Plongée dans le lit fluidisé constitué exclusivement du verre A
  - . cuisson à 800° C pendant dix minutes.
  - . Plongée, à cette température, dans le lit fluidisé constitué uniquement de particules du verre B, à la température de 200° C
- 5 Les particules d'émail viennent fondre au contact de la surface chaude.
- . Nouveau passage au four : 810° C pendant 10 minutes
- Épaisseur des couches : verre A 30 microns  
verre B 140 microns
- 10 Ce revêtement filmogène résiste aux agressions chimiques dans une gamme de pH comprise entre 0 et 14.
- . Exemple III :  
Réalisation d'un matériau hyperréfractaire.
- On réalise l'émaillage suivant d'un tuyau en Inconel, diamètre 30 mm,
- 15 épaisseur du métal 1 mm, longueur 250 mm.
- Un trou est ménagé pour la sustentation avec un fil de platine.
- a) Le tuyau est plongé dans un lit fluidisé constitué de particules du verre A (exemple I) après enduction de l'adhésif (silicate de soude)
  - b) Cuisson du verre A à 780° C pendant 5 minutes, épaisseur du dépôt 20 microns
  - 20 c) plongée à cette température, dans le lit fluidisé constitué de particules de verre de silice.
  - d) Cuisson à 900° C pendant 5 minutes.
  - e) Plongée du tuyau à 900° C dans le même lit fluidisé. (silice)
  - f) Cuisson à 1100° C pendant 5 minutes
  - 25 g) Plongée du tuyau toujours dans le même lit.
  - h) Cuisson à 1400° C pendant 10 minutes.
  - i) Plongée du tuyau dans le même lit.
  - j) Cuisson à 1700° C pendant 10 minutes.
  - k) Encore une plongée dans le lit fluidisé.
  - 30 l) Cuisson à 2050° C pendant 10 minutes.
- Au cours du refroidissement, à 1200° C environ, pulvérisation d'acétyl  
Acétonate de zirconium.
- Ces diverses opérations ont permis la réalisation d'un revêtement vitreux  
filmogène constitué de verre de silice, protégé superficiellement par du Zr O<sub>2</sub>,  
35 et résistant à plus de 2000° C.
- Épaisseur de la couche vitrifiée : 280 microns  
Épaisseur du Zr O<sub>2</sub> : 0,1 micron.
- Avant chaque application de verre de silice, on constate que le verre fondu  
à la surface joue le rôle d'adhésif, le verre de silice étant un verre très "ré-  
40 fractaire.
- Ces quelques exemples, bien entendu, ne donnent qu'imparfaitement les immenses  
possibilités de l'invention.

REVENDICATIONS

- 5 N° 1 - Nouveau procédé d'émaillage caractérisé par le fait que non seulement les particules d'émail, en suspension dans un lit fluidisé, sont déposées sur les surfaces intérieures et extérieures de la pièce à traiter quand elle y est plongée mais aussi et surtout que les particules d'émail, au contact de ladite surface, sont déposées à une température inférieure à celle de l'oxydation du métal.
- 10 N° 2 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que les particules d'émail en contact avec le métal sont déposés sur sa surface rendue préalablement adhésive.
- N° 3 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant les revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que l'adhésivité des surfaces à émailler est réalisée par des solutions de sels ou de résines, après évaporation des solvants.
- 15 N° 4 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant l'ensemble des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que les particules d'émail appliquées sur l'objet à traiter, sont déposées par une seule plongée ou plusieurs plongées dans le lit fluidisé, les surfaces à émailler étant préalablement rendues adhésives, et que leur fusion s'opère par une seule cuisson.
- 20 N° 5 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant l'ensemble des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que les particules d'émail peuvent avoir la même composition chimique, ou être constituées de plusieurs compositions chimiques différentes.
- 25 N° 6 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant l'ensemble des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que les particules d'émail au contact de la surface métallique n'ont pas la même composition chimique que celles déposées successivement par la suite, avant cuisson.
- 30 N° 7 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant l'ensemble des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que l'objet à traiter, enrobé d'émail par une ou plusieurs plongées dans le lit fluidisé, est porté à la température de fusion de l'émail et à cette température, plongé dans un lit fluidisé constitué de particules d'émail de même composition chimique ou non et qu'il est à nouveau porté à une température suffisante pour réaliser un revêtement vitreux filmogène.
- 35 N° 8 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant l'ensemble des revendications 1, 2, 3 et 4, caractérisé par le fait que l'épaisseur de l'émail déposé par fusion des grains sur l'objet à traiter est fonction de la température de

cel objet et de celle des particules d'émail dans le lit fluidisé.

5 N° 9 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant <sup>l'ensemble</sup> des revendications 1 à 8, caractérisé par le fait que les objets à traiter peuvent être réalisés avec des métaux tels que l'acier, la fonte, le cuivre, l'aluminium, leurs alliages et même les matériaux dits inoxydables.

10 N° 10 - Nouveau procédé d'émaillage, suivant <sup>l'ensemble</sup> des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait qu'il permet d'obtenir des revêtements vitreux filmogènes, homogènes, de résistance physico chimique souhaitée, sur les parties intérieures et extérieures des pièces tels que les tuyaux d'échappement des moteurs à combustion interne, les échangeurs thermiques, les corps de pompes ou de vannes ou encore, la réalisation de matériaux résistant à plus de 2000° C.

PUB-NO: FR002567156A1  
DOCUMENT-IDENTIFIER: FR 2567156 A1  
TITLE: New enamelling process

PUBN-DATE: January 10, 1986

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
SALOMON DANIELE	FR

APPL-NO: FR08410741

APPL-DATE: July 6, 1984

PRIORITY-DATA: FR08410741A (July 6, 1984)

INT-CL (IPC): C23D005/04 , C23D003/00

EUR-CL (EPC): C23D003/00 , C23D005/04 , F28F019/02

US-CL-CURRENT: 427/230 , 427/376.2

**ABSTRACT:**

CHG DATE=19990617 STATUS=O> New enamelling process making it possible to obtain a homogeneous vitreous coating on the outer and inner parts of objects, by virtue of the deposition of enamel particles as a fluidised bed on the surfaces to be treated. It is thus henceforth possible to obtain the enamelling of articles such as internal combustion engine exhaust silencers, pump bodies, heat exchangers, or the production of materials which withstand 2,000 DEG C.



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**